

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 89110536.3

51 Int. Cl.4: **C09B 67/22 , D06P 1/18 ,**  
**//C09B29/08**

22 Anmeldetag: 10.06.89

30 Priorität: 24.06.88 DE 3821338

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
27.12.89 Patentblatt 89/52

64 Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE FR GB LI

71 Anmelder: BAYER AG

D-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk(DE)

72 Erfinder: Hoppe, Manfred, Dr.  
Koelner Strasse 233

D-5067 Kuerten 2(DE)

Erfinder: Wiegner, Dieter

Nothauser Feld 4

D-5068 Odenthal(DE)

Erfinder: Sagner, Klaus-Peter, D.I.

Schubertstrasse 1

D-5090 Leverkusen 1(DE)

Erfinder: Jordan, Heinz Dietrich, Dr.

Kurt-Schumacher-Ring 69 a

D-5090 Leverkusen 1(DE)

Erfinder: Brandt, Horst, Dr.

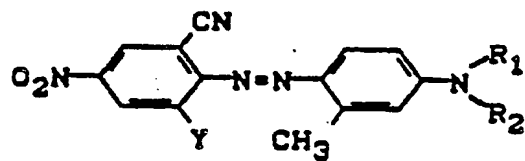
Antoniusstrasse 4

D-5068 Odenthal(DE)

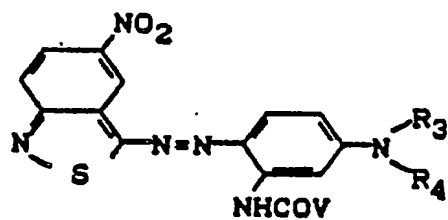
54 Mischungen blauer Dispersionsazofarbstoffe.

57 Mischungen von Farbstoffen der Formeln I bis IV

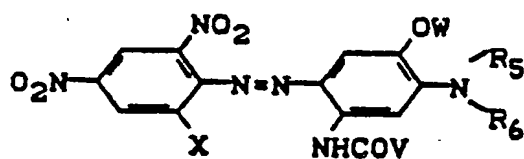
**EP 0 347 685 A2**



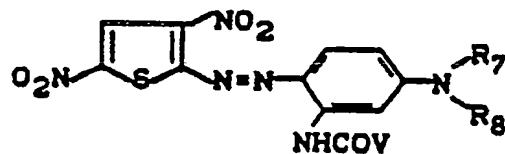
I



II



III



IV

worin die Reste die in der Farbstoffchemie übliche Bedeutung haben, sind hervorragende Ersatzprodukte für den teuren Anthrachinonfarbstoff Disperse Blue 56.

## Mischungen blauer Dispersionsazofarbstoffe

Die vorliegende Erfindung betrifft Mischungen von Azofarbstoffen für das Färben von hydrophoben synthetischen Fasern, die sich z.B. als Ersatz für das anthrachinoide C.I. Disperse Blue 56 (C.I.-Nr. 63285) bzw. Farbstoffe mit einem Bunttonwinkel  $h_{ab}$  von etwa  $295^\circ$  (bezogen auf eine Polyesterfärbung in 1/1 Richttypentiefe nach DIN 5033/3) eignen.

5 Disperse Blue 56 gilt weltweit als bedeutender blauer Dispersionsfarbstoff, da dieser auf den genannten Fasermaterialien zu besonders klaren rotstichig blauen Färbungen mit hoher Lichtechtheit führt. Andererseits weist dieser Farbstoff eine Reihe von Nachteilen auf:

Wie fast alle Anthrachinonfarbstoffe hat Disperse Blue 56 eine geringe Farbstärke, was insbesondere bei hohen Farbtiefen eine beträchtliche Kostensteigerung zur Folge hat.

10 Bei der Färbung von Mischungen aus Polyester-Fasern sowie Wolle, Baumwolle und Regenerat-Cellulose werden diese Begleitfasern stark angeschmutzt. Diese Anschmutzung läßt sich auch durch eine reduktive Nachbehandlung nicht vollständig entfernen.

Beim Färben mit den modernen Schnellfärbverfahren besteht die große Gefahr einer unegaligen Färbung. Disperse Blue 56 gehört, falls man nicht eine überlange Färbedauer für das nachträgliche

15 Egalisieren zur Anwendung bringt, zu den besonders schlecht egalisierenden Dispersions-Blaufarbstoffen. Nachteilig ist weiterhin die Empfindlichkeit von Disperse Blue 56 gegenüber Metallionen - insbesondere Kupfer - im Färbebad, weswegen diesem häufig Komplexbildner zugesetzt werden müssen.

Um die Unzulänglichkeiten des Anthrachinonfarbstoffes zumindest teilweise zu beseitigen, ist bereits vorgeschlagen worden, Disperse Blue 56 durch ausgewählte blaue Azofarbstoffe (vgl. O. Annen, R. Egli, R. Hasler, B. Henzi, H. Jakob und P. Matzinger REV. PROGR. COLORATION, 72 Vol 17 (1987), sowie durch

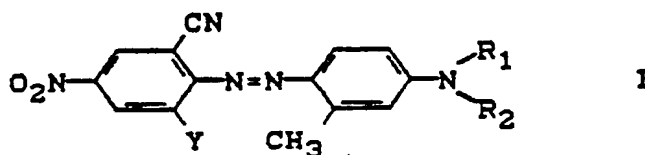
20 spezielle Mischungen von Azofarbstoffen (vgl. DE-A 3 347 572 = US-A 4 608 050) zu ersetzen. Darüber hinaus sind als "Blau 56-Ersatz" Verschnitte des teuren Anthrachinonfarbstoffs mit preiswerten Azofarbstoffen sowie Mischungen anderer Anthrachinonfarbstoffe mit Azoverbindungen empfohlen worden (vgl. DE-A 3 023 330 = US-A 4 374 642 sowie DE-A 3 043 184).

25 Abgesehen davon, daß die Verschnitte bereits von der Aufgabenstellung her einen Weg in die falsche Richtung darstellen, konnte keine der vorstehend genannten Vorschläge zu einem vollwertigen Ersatz von Disperse Blue 56 führen, da diese Ersatzprodukte nicht das hohe Niveau dieses Anthrachinonfarbstoffs erreichen.

Es wurde nun gefunden, daß man zu einem in praktisch allen wichtigen Eigenschaften gleichwertigen

30 und teilweise deutlich verbessertem Ersatzprodukt für Disperse Blue 56 durch Einsatz einer Farbstoffkombination mit einem Bunttonwinkel von  $290-300^\circ$ , vorzugsweise  $293-297^\circ$ , gelangt, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie

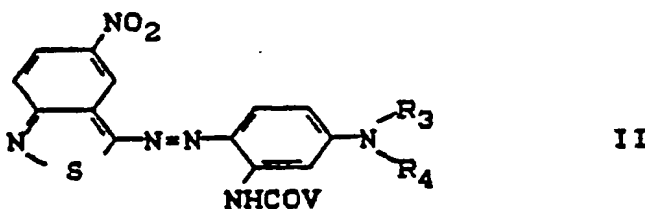
a) mindestens einem Farbstoff der Formel (I)

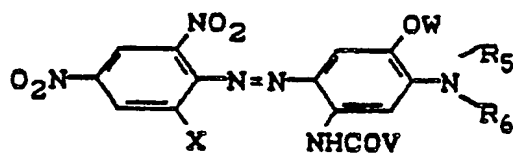


40

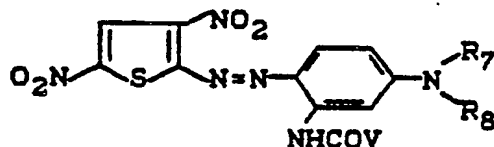
und

b) mindestens einen Farbstoff der Formeln II-IV





III



IV

- enthält,  
 worin - unabhängig voneinander -  
 X Cl oder Br,  
 Y NO<sub>2</sub> oder CN,  
 W Alkyl, Aralkyl oder Alkoxyalkyl,  
 V H, Alkyl, Aryl oder Alkoxy,  
 R<sub>1</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl oder Alkenyl,  
 R<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, Chloralkyl, Aryloxyalkyl oder Alkoxycarbonylalkyl,  
 R<sub>3</sub> Alkyl; Aralkyl, Alkoxyalkyl, Hydroxyalkyl, Aryloxyalkyl oder Alkenyl,  
 R<sub>4</sub> R<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Chloralkyl oder Alkoxycarbonylalkyl,  
 R<sub>5</sub> Alkyl, Alkenyl oder Aralkyl,  
 R<sub>6</sub> R<sub>5</sub> oder Alkoxyalkyl,  
 R<sub>7</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl, Hydroxyalkyl, Aryloxyalkyl, Chloralkyl, Alkoxycarbonylalkyl, Alkenyl oder  
 Acyloxyalkyl und  
 R<sub>8</sub> R<sub>7</sub> bedeuten,  
 wobei Acylreste Alkylcarbonyl- oder Arylcarbonylreste, im beliebigen Zusammenhang genannte Alkyl-,  
 Alkenyl- und Alkoxyreste solche mit 1-4 C-Atomen und im beliebigen Zusammenhang genannte Arylreste  
 Phenylreste sind, die durch Cl oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl substituiert sein können.  
 Bevorzugt sind Farbstoffe der angegebenen Formeln, worin  
 Y NO<sub>2</sub> oder CN,  
 X Cl oder Br,  
 W Alkyl oder Alkoxyalkyl,  
 V Alkyl, Aryl oder Alkoxy,  
 R<sub>1</sub> Alkyl, Alkoxyalkyl oder Alkenyl,  
 R<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, Aralkyl, Aryloxyalkyl,  
 R<sub>3</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl oder Alkenyl,  
 R<sub>4</sub> R<sub>3</sub>  
 R<sub>5</sub> Alkyl oder Alkenyl,  
 R<sub>6</sub> Alkyl, Alkenyl oder Aralkyl,  
 R<sub>7</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl, Aryloxyalkyl oder Alkenyl und  
 R<sub>8</sub> R<sub>7</sub> bedeuten, wobei die genannten Reste die vorstehend angegebenen speziellen Bedeutungen haben.  
 Besonders bevorzugt sind Farbstoffe der angegebenen Formel, worin  
 Y NO<sub>2</sub> oder CN,  
 X Cl oder Br,  
 W Alkyl,  
 V Alkyl,  
 R<sub>1</sub> Alkyl,  
 R<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, Alkoxyalkyl oder Aralkyl,  
 R<sub>3</sub> Alkoxyalkyl  
 R<sub>4</sub> R<sub>3</sub> oder Alkyl,  
 R<sub>5</sub> Alkyl,  
 R<sub>6</sub> R<sub>5</sub>,  
 R<sub>7</sub> Alkyl und  
 R<sub>8</sub> R<sub>7</sub> oder Alkoxyalkyl bedeuten, wobei die genannten Reste die oben angegebenen speziellen Bedeutungen

gen haben.

Besonders geeignet sind die Farbstoffe der Formel I-IV, worin

Y CN

X Br oder Cl,

5 W Methyl,

V Methyl oder Ethyl,

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> Ethyl, n-Propyl oder n-Butyl,

R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> Methoxyethyl,

R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> Ethyl oder n-Propyl und

10 R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub> Ethyl oder n-Propyl bedeuten.

Die Farbstoffe der Formeln I-IV sind bekannt bzw. nach an sich bekannten Methoden leicht zugänglich und z.B. in folgender Patentliteratur beschrieben: DE-A 1 290 915 = US-A 4 105 655; DE-A 3 425 127 = US-A 4 681 932; DE-A 2 818 653 = GB-A 1 582 743; DE-A 2 304 218 = US-A 4 079 050.

Beispielhaft seien die in nachfolgenden Tabellen aufgeführten Farbstoffindividuen genannt:

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tabelle 1: Farbstoffe der Formel I




R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -Cl
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -Cl	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CH <sub>2</sub>

Tabelle 1: Farbstoffe der Formel I








R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> - 
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub> - 
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -Cl
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CH <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O- 

Tabelle 1: Farbstoffe der Formel I









R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub> - 		
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -Cl
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>		CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub> - 	CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	
CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	

Tabelle 2: Farbstoffe der Formel II

	V	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>
5			
	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
10	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
15	CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>
20	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
25	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
30	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>
35	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
40			
45			
50			
55			

Tabelle 2: Farbstoffe der Formel II

V	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>
5		
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
10	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
15	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>
20	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
25	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
30	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>3</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>
35	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
40		
45		
50		
55		

Tabelle 3

Farbstoffe der Formel III				
V	W	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Cl
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Br
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Br
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Br
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Cl
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Br
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Br
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Cl
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Br
-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl
-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Br
-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Cl
-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Br

Tabelle 4

Farbstoffe der Formel IV		
V	R <sub>7</sub>	R <sub>8</sub>
CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>

Der Gewichtsanteil der einzelnen Mischungskomponenten in den erfindungsgemäßen Gemischen beträgt im allgemeinen:

20 bis 90 %	Komponente I,
0 bis 80 %	Komponente II,
0 bis 80 %	Komponente III,
0 bis 80 %	Komponente IV

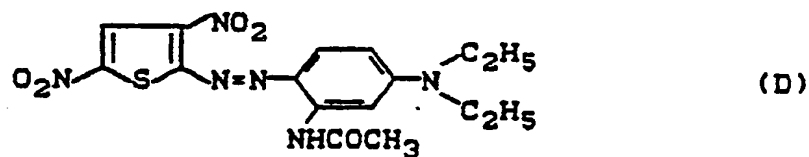
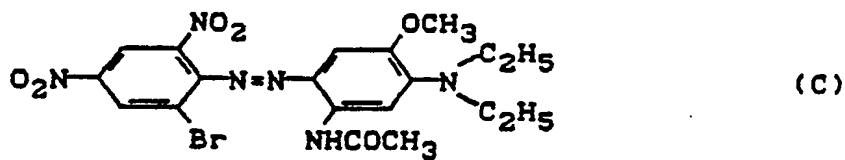
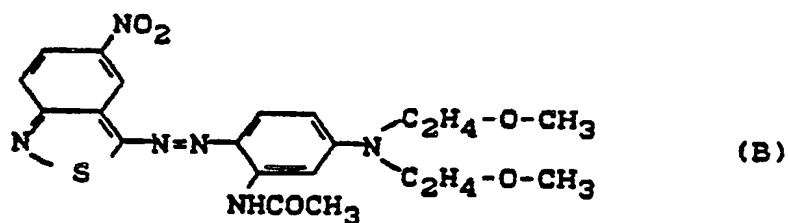
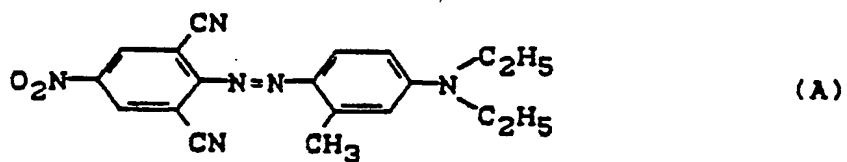
mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Farbstoffe II bis IV den Farbstoff I auf 100 % ergänzt.  
In einem anderen Mischungstyp betragen die Anteile:

10 bis 90 %	Komponente I,
10 bis 80 %	Komponente III,
10 bis 80 %	Komponente IV.

Bevorzugt sind Zweiermischungen von I mit II, III oder IV mit folgenden Anteilen:

a)	25 bis 80 %	Komponente I,
	20 bis 75 %	Komponente II,
b)	25 bis 80 %	Komponente I,
	20 bis 75 %	Komponente III,
c)	30 bis 90 %	Komponente I,
	10 bis 70 %	Komponente IV

Ganz besonders bevorzugt sind Mischungen des Farbstoffs A mit den Farbstoffen B, C und D:



wobei folgende Mischungsverhältnisse bevorzugt sind:

5

10

15

20

a)	10 bis 90 %	Farbstoff A
	10 bis 90 %	Farbstoff B
b)	50 bis 70 %	Farbstoff A
	30 bis 50 %	Farbstoff B
c)	55 bis 65 %	Farbstoff A
	35 bis 45 %	Farbstoff B
d)	40 bis 70 %	Farbstoff A
	15 bis 45 %	Farbstoff B
	5 bis 30 %	Farbstoff C
e)	40 bis 70 %	Farbstoff A
	15 bis 45 %	Farbstoff B
	5 bis 20 %	Farbstoff D
f)	50 bis 75 %	Farbstoff A
	10 bis 35 %	Farbstoff C
	5 bis 30 %	Farbstoff D
g)	45 bis 75 %	Farbstoff A
	30 bis 60 %	Farbstoff C
h)	52 bis 64 %	Farbstoff A
	38 bis 48 %	Farbstoff C
i)	60 bis 85 %	Farbstoff A
	15 bis 40 %	Farbstoff D

Die neuen Farbstoffmischungen können nach verschiedenen Verfahren hergestellt werden:

1. durch Abmischen der separat hergestellten und formierten Einzelkomponenten, oder
2. durch gemeinsame Formierung der separat hergestellten Einzelfarbstoffkomponenten.

Die "Cyanierung" von ortho-Halogenazofarbstoffen sowie die dabei erhaltenen Dicyanfarbstoffe - als solche - sind allgemein bekannt (vgl. DE-A 1 544 563 = US-A 3 962 209 sowie DE-A 3 009 635).

Auch die Formierung zur Herstellung verkaufsfähiger Präparationen erfolgt nach an sich bekannten Verfahren.

Die neuen Farbstoffmischungen eignen sich insbesondere zum Färben von Polyester- und Celluloseesterfasern und ergeben sehr klare rotstichig blaue Färbungen mit sehr guten Licht- und Waschechtheiten.

Ein zusätzlicher Vorteil liegt in der geringen Verschmutzung von Begleitgeweben bei Polyester-Mischgewebe-Färbungen.

In den nachfolgenden Beispielen bedeuten "Teile" und "%" = Gewichtsteile bzw. Gewichtsprozente.

#### Beispiel 1

Durch Perlmahlung und anschließende Sprühtrocknung wird ein Färbepreparat aus

45

50

11,2	Teilen	des Farbstoffs A
9,9	Teilen	des Farbstoffs B
25,6	Teilen	eines handelsüblichen Ligninsulfonates
46,4	Teilen	eines handelsüblichen Dispergiermittels (z.B. Kondensationsprodukt aus Formaldehyd, Naphthalin und Schwefelsäure)
0,2	Teilen	eines handelsüblichen Netzmittels
0,7	Teilen	eines handelsüblichen Entstaubungsmittels
6,0	Teilen	Restfeuchte

hergestellt.

In einem Färbekochtopf, das mit Natriumphosphat und Essigsäure auf einen pH-Wert von 4,5 gestellt ist werden 100 Teile eines Polyestergewebes (Polyethylenterephthalat) 30 bis 45 Minuten bei 125 bis 135 °C mit 1,3 g des oben beschriebenen Färbepreparates (Flottenverhältnis 1:10 bis 1:40) gefärbt.

Man erhält klare rotstichig blaue Färbungen mit guten Echtheiten.

Beispiel 2

In einem Färbebad, das 5 g/l eines handelsüblichen Carriers (z.B. auf Basis aromatischer Carbonester) enthält, mit Natriumphosphat und Essigsäure auf einen pH von 4,5 gestellt ist, werden 100 Teile eines Polyesterergewebes mit 1,3 Teile der oben beschriebenen Farbstoffpräparation 30 Minuten bei 90 bis 105 °C gefärbt. Man erhält volle, tiefe blaue Färbungen mit guten Echtheiten.

Beispiel 3

10

In einem Färbebad, das mit Natriumphosphat und Essigsäure auf einen pH-Wert von 4,5 gestellt ist werden 200 Teile eines Polyester-(Polyethylenterephthalat)Baumwollmischgewebes 50/50 30 bis 45 Minuten bei 125 bis 135 °C mit 1,3 Teile des oben beschriebenen Färbepreparates (Flottenverhältnis 1:10 bis 1:40) gefärbt. Man erhält klare blaue Färbungen mit guten Echtheiten wobei das Baumwollbegleitgewebe nur wenig angeschmutzt ist.

15

Beispiel 4

In einem Färbebad, das 5 g/l eines handelsüblichen Carriers (z.B. auf Basis aromatischer Carbonester) enthält, mit Natriumphosphat und Essigsäure auf einen pH von 4,5 gestellt ist, werden 200 Teile eines Polyester-Wollmischgewebes 50/50 mit 1,3 Teile der oben beschriebenen Farbstoffpräparation 30 Minuten bei 90 bis 105 °C gefärbt. Man erhält volle, tiefe blaue Färbungen mit guten Echtheiten.

Zu ähnlichen Ergebnissen kommt man bei Verwendung nachstehender Mischungen.

25

Beispiel 5

30

55 %	Farbstoff I	(mit R <sub>1</sub> , R <sub>2</sub> = n-Butyl)
45 %	Farbstoff B	

35 Beispiel 6

40

59 %	Farbstoff A
41 %	Farbstoff B

Beispiel 7

45

55 %	Farbstoff A
31 %	Farbstoff B
14 %	Farbstoff C

50

Beispiel 8

65

60 %	Farbstoff A
31 %	Farbstoff B
9 %	Farbstoff D

5

Beispiel 9

10

66 %	Farbstoff A
22 %	Farbstoff C
12 %	Farbstoff D

15

Beispiel 10

20

60 %	Farbstoff A
40 %	Farbstoff C

Beispiel 11

25

72 %	Farbstoff A
28 %	Farbstoff D

30

Beispiel 12

35

62 %	Farbstoff A
38 %	Farbstoff B

Beispiel 13

40

53 %	Farbstoff A
47 %	Farbstoff B

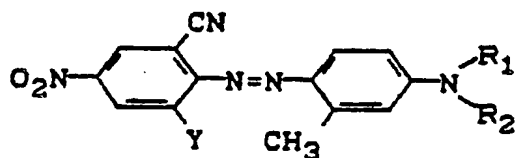
45

**Ansprüche**

50

1. Mischung von Dispersionsazofarbstoffen mit einem Bunttonwinkel  $h_{ab}$  von 290 bis 300°, bezogen auf eine Polyesterfärbung in 1/1 Richttypentiefe gemäß DIN 5033/Teil 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie
- a) mindestens einen Farbstoff der Formel (I)

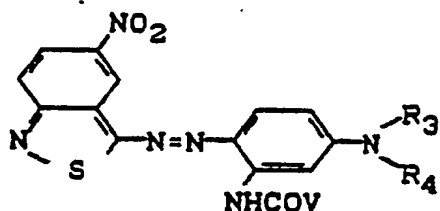
55



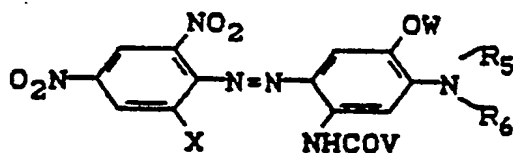
I

und

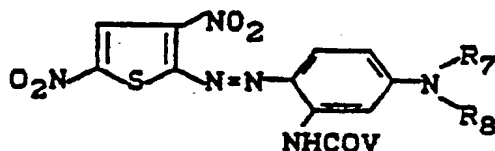
b) mindestens einen Farbstoff der Formeln II-IV



II



III



IV

enthält,

worin - unabhängig voneinander -

X Cl oder Br,

Y NO<sub>2</sub> oder CN,

W Alkyl, Aralkyl oder Alkoxyalkyl,

V H, Alkyl, Aryl oder Alkoxy,

R<sub>1</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl oder Alkenyl,R<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, Chloralkyl, Aryloxyalkyl oder Alkoxycarbonylalkyl,R<sub>3</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl, Hydroxyalkyl, Aryloxyalkyl oder Alkenyl,R<sub>4</sub> R<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Chloraralkyl oder Alkoxycarbonylalkyl,R<sub>5</sub> Alkyl, Alkenyl oder Aralkyl,R<sub>6</sub> R<sub>5</sub> oder Alkoxyalkyl,R<sub>7</sub> Alkyl, Aralkyl, Alkoxyalkyl, Hydroxyalkyl, Aryloxyalkyl, Chloralkyl, Alkoxycarbonylalkyl, Alkenyl oder Acyloxyalkyl undR<sub>8</sub> R<sub>7</sub> bedeuten,wobei Acylreste Alkylcarbonyl- oder Arylcarbonylreste, im beliebigen Zusammenhang genannte Alkyl-, Alkenyl- und Alkoxyreste solche mit 1-4 C-Atomen und im beliebigen Zusammenhang genannte Arylreste Phenylreste sind, die durch Cl oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl substituiert sein können.

2. Mischungen von Dispersionsazofarbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß

Y NO<sub>2</sub> oder CN,

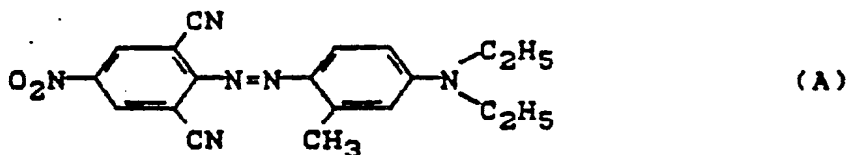
X Cl oder Br,

W Alkyl,

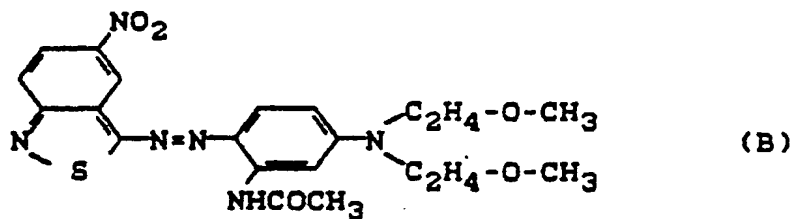
V Alkyl,

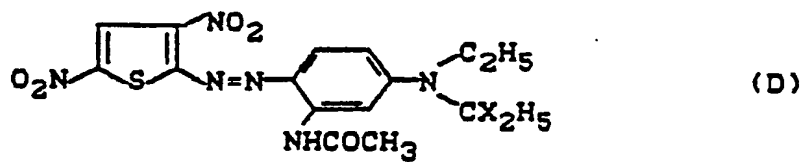
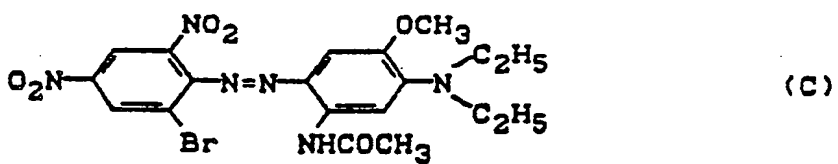
R<sub>1</sub> Alkyl,R<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, Alkoxyalkyl oder Aralkyl,

- $R_3$  Alkoxyalkyl,  
 $R_4$   $R_3$  oder Alkyl,  
 $R_5$  Alkyl,  
 $R_6$   $R_5$ ,  
 $R_7$  Alkyl und  
 $R_8$   $R_7$  oder Alkoxyalkyl bedeuten, wobei die genannten Reste die oben angegebenen speziellen Bedeutungen haben.
3. Mischung von Dispersionsazofarbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in den  
 darin angegebenen Formeln  
 $Y$  CN  
 $X$  Br oder Cl,  
 $W$  Methyl,  
 $V$  Methyl oder Ethyl,  
 $R_1, R_2$  Ethyl, n-Propyl oder n-Butyl,  
 $R_3, R_4$  Methoxyethyl,  
 $R_5, R_6$  Ethyl oder n-Propyl und  
 $R_7, R_8$  Ethyl oder n-Propyl bedeuten.
4. Mischungen von Dispersionsazofarbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der  
 Gewichtsanteil der Komponente I 20 bis 90 %, der Komponente II 0 bis 80 %, der Komponente III 0 bis 80  
 % und der Komponente IV 0 bis 80% beträgt, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Farbstoffe II bis  
 IV den Farbstoff I auf 100 % ergänzt.
5. Mischungen von Dispersionsazofarbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der  
 Gewichtsanteil der Komponente I 10 bis 90 %, der Komponente III 10 bis 80 % und der Komponente IV 10  
 bis 80 % beträgt.
6. Mischungen von Dispersionsazofarbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der  
 Gewichtsanteil der  
 Komponente I 25 bis 80 % und Komponente II 20 bis 75 % oder  
 Komponente I 25 bis 80 % und Komponente III 20 bis 75 % oder  
 Komponente I 30 bis 90 % und Komponente IV 10 bis 70 % beträgt.
7. Mischungen der Dispersionsazofarbstoffe gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß diese  
 einen Farbstoff der Formel (A)



und mindestens einen Farbstoff der Formel (B bis D)





15 enthält.

8. Farbstoffpräparationen, enthaltend Mischungen von Azofarbstoffen gemäß Ansprüchen 1 bis 8.

9. Verfahren zum Färben von hydrophoben synthetischen Fasern, dadurch gekennzeichnet, daß man Farbstoffmischungen bzw. Präparationen gemäß Ansprüchen 1 bis 8 verwendet.

20

25

30

35

40

45

50

55

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 347 685 A3**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89110536.3

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **C09B 67/22, D06P 1/18,**  
**//C09B29/08**

(22) Anmeldetag: 10.06.89

(30) Priorität: 24.06.88 DE 3821338

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
27.12.89 Patentblatt 89/52

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE FR GB LI

(88) Veröffentlichungstag des später veröffentlichten  
Recherchenberichts: 11.12.91 Patentblatt 91/50

(71) Anmelder: **BAYER AG**

W-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk(DE)

(72) Erfinder: Hoppe, Manfred, Dr.  
Koelner Strasse 233

W-5067 Kuerten 2(DE)  
Erfinder: Wiegner, Dieter  
Nothauser Feld 4

W-5068 Odenthal(DE)  
Erfinder: Sagner, Klaus-Peter, D.I.  
Schubertstrasse 1

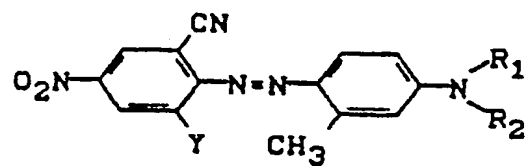
W-5090 Leverkusen 1(DE)  
Erfinder: Jordan, Heinz Dietrich, Dr.  
Kurt-Schumacher-Ring 69 a  
W-5090 Leverkusen 1(DE)

Erfinder: Brandt, Horst, Dr.  
Antoniusstrasse 4  
W-5068 Odenthal(DE)

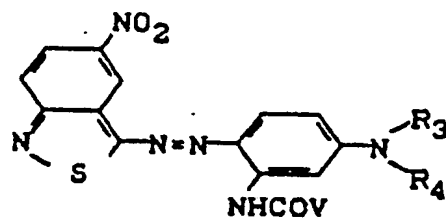
(54) Mischungen blauer Dispersionsazofarbstoffe.

(57) Mischungen von Farbstoffen der Formeln I bis IV

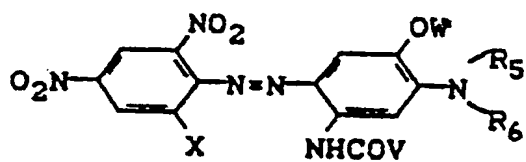
EP 0 347 685 A3



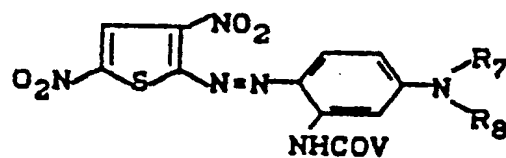
I



II



III



IV

worin die Reste die in der Farbstoffchemie übliche Bedeutung haben, sind hervorragende Ersatzprodukte für den teuren Anthrachinonfarbstoff Disperse Blue 56.



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 89 11 0536

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 147 783 (HOECHST) * Seite 5, Zeile 26 - Seite 8, Zeile 2 * & DE-A-3 347 572 (Kat. D) - - - -	1-9	C 09 B 67/22 D 06 P 1/18 // C 09 B 29/08
A	GB-A-2 178 751 (SANDOZ) * Zusammenfassung * - - - - -	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D 06 P C 09 B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
Den Haag		20 September 91	
		Prüfer	
		DAUKSCH H.J.	
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b> X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze			
E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : In der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			